

Doc. 1-1 on ss 7 from WPIL using MAX

©Derwent Information

## Use of capped fatty alcohol alkoxylate cpds. - for industrial cleaning, esp. bottles and metals

Patent Number : **EP-161537**

International patents classification : B08B-003/08 C11D-001/68 C11D-003/33 C11D-007/16

• **Abstract :**

EP-161537 A Nonionic surfactants of formula  $R-O(X1)_n-(X2)_m-(X3)_p-Z$  (I) are used as low foam, foam suppressing, and biologically degradable surfactants in industrial cleaning processes. R = 8-22C alkyl; X1, X3 = ethylene oxide units; X2 = propylene oxide or butylene oxide units; Z = Me, Et or allyl; n, p = 1-10; n + p = at least 2; m = 1-5.

R = 10-18C alkyl; p = 0; n = 5-7; m = 2-4. R may be the residue of a 13-15C oxoalcohol or of a 10-14C Ziegler alcohol. A powdered cleaning compsn. contains 5-10 wt.% of I; a liq. compsn. contains 10-30 wt.% of I.

USE - is esp. cleaning bottles and metals. (0/0)

US4624803 A Liq. cleaner for industrial bottle washing, comprises (a) 5-30 wt.% of phosphonic acid; (b) 15-30 wt.% of phosphoric acid; (c) 0-10 wt.% of isopropanol; (d) 10-30 wt.% of the nonionic surfactant  $R-O-(X1)_n-(X2)_m-Z$ ; and (e) water to 100 wt.% R is (10-18C)alkyl; X1 is an ethylene oxide unit; X2 is a propylene oxide or butylene oxide unit; n is 5-7; m is 2-4; and Z is Me, Et or allyl.

Powder cleaner for similar purpose, comprises (i) 10-30 wt.% of NaOH; (ii) 10-40 wt.% of sodium metasilicate; (iii) 10-40 wt.% pentasodium triphosphate; (iv) 5-20 wt.% of EDTA or nitrilotriacetic acid; and (v) 5-10 wt.% of (d).

ADVANTAGE - Is low foaming, anti-foaming and biodegradable. Can also be used for metal cleaning. (5pp)

• **Publication data :**

Patent Family : EP-161537 A 19851121 DW1985-47 Ger 12p \*

AP: 1985EP-0104798 19850420 DSR: AT BE CH DE FR GB IT LU NL SE

DE3418523 A 19851121 DW1985-48

JP60255898 A 19851217 DW1986-05 AP: 1985JP-0101649

19850515

US4624803 A 19861125 DW1986-50 AP: 1985US-0730110

19850503

CA1239560 A 19880726 DW1988-33

Priority n° : 1984DE-3418523 19840518

Covered countries : 13

Publications count : 5

Cited patents : DE3048642; EP--19173; EP--34275; US2841621

A3...8947; No-SR.Pub

• **Patentee & Inventor(s) :**

Patent assignee : (BADI) BASF AG

Inventor(s) : BALZER WD; HETTICHE A; LORENZ K; STOECKIGT D; TRIESEL W; WOLF H

• **Accession codes :**

Accession N° : 1985-290860 [47]

Sec. Acc. n° CPI : C1985-125924

• **Derwent codes :**

Manual code : CPI: A10-E08A A12-W12B

D11-A03 D11-B08 D11-D01 D11-D06 E10-H01

Derwent Classes : A97 D25 E17 P43

• **Update codes :**

Basic update code : 1985-47

Equiv. update code : 1985-48; 1986-05; 1986-50; 1988-33

12

**EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

21 Anmeldenummer: 85104798.5

51 Int. Cl.<sup>4</sup>: **C 11 D 1/68**

22 Anmeldetag: 20.04.85

30 Priorität: 18.05.84 DE 3418523

71 Anmelder: **BASF Aktiengesellschaft,**  
**Carl-Bosch-Strasse 38, D-6700 Ludwigshafen (DE)**

43 Veröffentlichungstag der Anmeldung: 21.11.85  
Patentblatt 85/47

72 Erfinder: **Balzer, Wolf-Dieter, Dr., Bruesseleer Ring 34,**  
**D-6700 Ludwigshafen (DE)**  
Erfinder: **Lorenz, Klaus, Dr., Ludwig-Uhland-Strasse 16,**  
**D-6520 Worms 1 (DE)**  
Erfinder: **Wolf, Helmut, Im Zollstock 6, D-6733 Hassloch**  
**(DE)**  
Erfinder: **Trilleselt, Wolfgang, Dr., Alwin-Mittasch-Platz 1,**  
**D-6700 Ludwigshafen (DE)**  
Erfinder: **Stoeckigt, Dieter, Koenigstrasse 4,**  
**D-6700 Ludwigshafen (DE)**  
Erfinder: **Hettche, Albert, Dr., Kleiststrasse 12,**  
**D-6717 Hessheim (DE)**

84 Benannte Vertragsstaaten: **AT BE CH DE FR GB IT LI NL**  
**SE**

54 **Endgruppenverschlossene Fettalkoholalkoxylate für industrielle Reinigungsprozesse, insbesondere für die Flaschenwäsche und für die Metallreinigung.**

57 Die Erfindung betrifft die Verwendung endgruppenverschlossener Fettalkoholalkoxylate als schaumarme, schaumdämpfende und biologisch abbaubare Tenside für industrielle Reinigungsprozesse, insbesondere für die Flaschenwäsche und Metallreinigung.

Endgruppenverschlossene Fettalkoholalkoxylate für industrielle Reinigungsprozesse, insbesondere für die Flaschenwäsche und für die Metallreinigung

05 Die Erfindung betrifft die Verwendung endgruppenverschlossener Fettalkoholalkoxylate als schaumarme, schaumdämpfende und biologisch abbaubare Tenside für industrielle Reinigungsprozesse, insbesondere für die Flaschenwäsche und Metallreinigung.

10 Für die Reinigung von Flaschen in der Getränkeindustrie werden hochalkalische Reiniger eingesetzt. Das Alkali löst, neutralisiert bzw. verseift Getränkereste und Rückstände und führt den Etikettenleim in eine stark schäumende wasserlösliche Form über. Alle diese Prozesse laufen bei hoher Mechanik ab und begünstigen somit die ohnehin große Schaumneigung von Stärke und Zuckerabbauprodukten.

15 Aus diesem Grund erfordern diese Reinigungsoperationen nicht nur Tenside, die möglichst wenig Eigenschau liefern, sie müssen auch unter den hochalkalischen Bedingungen stabil sein, d.h. sie sollten sich nicht verfärben und auch selbst keine schäumenden Abbauprodukte liefern, wie das beispielsweise von nichtionischen Tensiden des Standes der Technik bekannt ist. Eine weitere wichtige Forderung an solche Tenside sind ihre Schaumdämpfungseigenschaften auf die aus den Getränkeresten und Leim unter Reinigungsbedingungen durch Alkalibehandlung entstehenden Schaumpromotoren. Eine weitere Forderung sind dispergierende Eigenschaften auf die beispielsweise durch das Waschgut eingeschleppten Etiketten.

30 Bei einer anderen Anwendung geht es um industrielle Reinigungsprozesse in der Metallindustrie. Auch hier wird mit hohem Druck eine sehr gut netzende alkalische wäßrige Lösung als Reinigungsmedium zum Entfernen von Zieh- und Walzfetten bzw. carboxylgruppenhaltigen organischen Korrosionsinhibitoren eingesetzt. Hier sollen die erfindungsgemäßen Tenside nicht nur die Netzeigenschaften verbessern, sondern insbesondere zur Schaumdämpfung von z.B. anionischen Tensiden vom Typ der Alkylbenzolsulfonate bzw. anderer Sulfonsäuregruppen und Carboxylgruppenhaltiger Tenside beitragen.

40 Diese gewünschten Eigenschaften werden beispielsweise von einer Klasse nichtionischer Tenside, die allgemein als Ethylenoxid-Propylenoxid-Blockpolymere bezeichnet werden, erfüllt. Sie werden in der US-PS 2 674 619 beschrieben. Besonders vorteilhaft sind dabei solche Blockpolymere, die eine Aminverbindung als Startmolekül für das polymere Tensid aufweisen. Diese Tenside zeichnen sich auch durch gute Schaumarmut und gutes Dispergiervermögen aus. Im Vergleich zu Standardtensiden handelt es sich um D/P

höhermolekulare Verbindungen mit Polyetherstruktur, von denen man weiß, daß sie hinsichtlich Dispergierung und Schaumdämpfung besonders spezifische Eigenschaften aufweisen. Diese speziell auf industrielle Reinigungsprozesse zugeschnittenen, nichtionischen Tenside haben aber als gravierenden Nachteil, daß sie nach den vom Waschmittelgesetz für oberflächenaaktive Verbindungen geforderten Prüfmethodeen nicht ausreichend biologisch abbaubar sind.

Es existiert eine Vielzahl von Patentanmeldungen, die sich mit der Entwicklung biologisch abbaubarer schaumarmer Tenside befassen.

So befaßt sich das EP-Patent 34 275 auch mit schaumarmen, schaumdämpfenden Tensiden für industrielle Reinigungsprozesse. Der Nachteil dieser Stoffklasse, wobei es sich um ethoxylierte und anschließend butoxylierte aliphatische Alkohole handelt, ist jedoch, daß sie unter alkalischen Bedingungen zu Verfärbungen neigen und bei längerer Anwendung ihre schaumdämpfenden Eigenschaften verlieren und selbst zu schäumen beginnen. Auch ihre schaumdämpfende Wirkung auf Alkylbenzolsulfonat ist nur mäßig.

In dem europäischen Patent Nr. 19173 werden niedrig alkoxylierte, ebenfalls biologisch abbaubare schaumarme Tenside beschrieben. Im Vergleich zu den erfindungsgemäßen Produkten verlieren diese Produkte jedoch sehr schnell ihre schaumarmen, schaumdämpfenden Eigenschaften, wenn sie in Gegenwart von Alkali bei höheren Temperaturen gelagert oder längere Zeit geprüft werden.

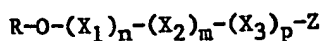
Aus dem EP-Patent 36 550 ist bekannt, daß die Endgruppen von alkoxylierten Fettalkoholen mit einem Alkylrest von 8 bis 20 C-Atomen und 4 bis 30 Alkylendioeinheiten durch Propylen verschlossen werden können. Für diese Tenside wird schaumarmut, Alkali- und vor allem auch Säurestabilität angegeben. Doch ist die Wirkung dieser Tenside, soweit es sich um Ethylenoxid/Propylenoxid-Mischaddukte handelt, für die Praxis nicht optimal, insbesondere da sie nicht ausreichend biologisch abbaubar sind. Nachteilig ist die verhältnismäßig aufwendige und kostspielige Herstellungsweise, die einer Anwendung in der Praxis entgegensteht.

Dem Fachmann ist bekannt, daß schaumarmut, schaumdämpfung und Alkalistabilität auf der einen und biologische Abbaubarkeit, wie sie das deutsche Waschmittelgesetz und die zugehörige Verordnung fordern, auf der anderen Seite gegenläufige Forderungen sind. Wie schwierig es ist, beispielsweise für den Bereich der industriellen Metallreinigung und für die Flaschenwäsche zu dem Gesetz entsprechenden Tensiden zu kommen, die anwendungs-

technisch auch akzeptiert werden können, zeigt die nun schon zum zweitenmal verlängerte Übergangsregelung für diese Tensidklasse bis zum Jahre 1986.

- 05 Es ist daher Aufgabe der Erfindung, ein nichtionisches Tensid der Technik zur Verfügung zu stellen, das die gewünschten Forderungen, insbesondere für technische Reinigungsprozesse, erfüllt.

Gegenstand der Anmeldung ist die Verwendung von nichtionischen Tensiden  
10 der Formel I



- 15 in der R einen Alkylrest mit 8 bis 22 C-Atomen,  $X_1$  und  $X_3$  Ethylenoxid-einheiten, wobei n und p für eine Zahl von 0 bis 10 stehen und die Summe von n + p wenigstens 2, bevorzugt wenigstens 5 und höchstens 9, ist,  $X_2$  Propylenoxid- oder Butylenoxideinheiten, wobei m für eine Zahl von 1 bis 5, bevorzugt 2 bis 4 steht, und Z Methyl, Ethyl oder Allyl bedeuten, als  
20 striellen Reinigungsprozessen, insbesondere der Flaschenwäsche und Metallreinigung.

- Durch die speziellen Verbindungen der Formel I wird überraschenderweise eine hohe Schaumdämpfung erreicht, obwohl dem Fachmann bekannt ist, daß  
25 man durch Methylenclgruppenverschuß nur geringe Schaumdämpfung erhalten kann. Sie weisen eine gute Schaumarmut auf und sind, gemäß den Vorschriften im Bundesgesetzblatt vom 30.01.77, Teil 1, Seiten 244ff, als einwandfrei biologisch abbaubare Tenside einzustufen.

- 30 Besonders bevorzugt sind für R Alkylreste mit 10 bis 18 C-Atomen, davon ganz besonders Reste auf Basis von  $C_{13}/C_{15}$ -Oxoalkoholen und  $C_{10}/C_{14}$ -Ziegleralkoholen, wobei p 0, n 5 bis 9 und m 2 bis 4 bedeuten und deren Endgruppe durch Methyl verschlossen worden ist und Mischungen dieser Tenside.

- 35 Ausgangsstoffe für die Herstellung der erfindungsgemäß zu verwendenden Tenside sind definitionsgemäß Fettalkohole oder Fettalkoholgemische mit 8 bis 22 Kohlenstoffatomen. Sie können verzweigt und geradkettig sein, bevorzugt sind solche, die möglichst geradkettig oder nur in geringem Umfang verzweigt sind. Es handelt sich hierbei um Alkohole, wie Octanol,  
40 Nonanol, Decanol, Dodecanol, Tetradecanol, Hexadecanol, Oxadecanol (Stearylalkohol) sowie deren Gemische. Technisch besonders bevorzugt sind solche, die gemäß der Ziegler- oder der Oxosynthese erhalten worden sind. Es handelt sich hierbei um Gemische, die 9/11, 13/15 oder 16/18 C-Atome,

nach der Oxosynthese hergestellt, enthalten. Ebenso günstig sind die nach der Zieglersynthese erhaltenen 8/10, 10/12, 12/16 und 16/20 C-Atome enthaltenden Alkoholgemische. Besonders vorteilhaft ist der C<sub>13</sub>/C<sub>15</sub>-Schnitt der nach der Oxosynthese erhaltenen Alkoholfraktion.

05

Die Alkoholalkoxylate werden in an sich üblicher Weise hergestellt und die erhaltenen Alkoxylate werden dann anschließend mit einem Alkylierungsmittel in den entsprechenden Ether übergeführt. Die Verfahren zur Herstellung dieser Tenside sind literaturbekannt und bedürfen nicht der allgemeinen Beschreibung. Auf die spezielle Herstellung einiger ausgewählter Verbindungen wird in den Beispielen eingegangen.

10

Die vorliegenden Beispiele erläutern die Erfindung, ohne sie jedoch zu beschränken.

15

#### Herstellungsbeispiele

##### Beispiel 1

In einem Autoklaven werden 20,8 Teile C<sub>13</sub>/C<sub>15</sub>-Oxoalkohol und 0,1 Teile Kaliumhydroxid vorgelegt. Bei 110 bis 120°C werden kontinuierlich 26,4 Teile Ethylenoxid eingegast. Zur Vervollständigung der Reaktion wird 1 Stunde nachgeführt. Bei 130 bis 140°C werden dann 23,2 Teile Propylenoxid kontinuierlich zugegeben und man läßt 2 Stunden nachreagieren. Man erhält 70 Teile eines Fettalkoholalkoxylats mit einer OH-Zahl von 85 bis 88, das einen Trübungspunkt von 31°C in Wasser nach DIN 53 917 aufweist.

25

19 Teile des erhaltenen Fettalkoholalkoxylats werden bei Raumtemperatur mit der äquimolekularen Menge KOH versetzt und in das Alkoholat übergeführt. Anschließend wird mit 4,45 Teilen Dimethylsulfat verethert. Die anorganischen Reaktionsprodukte werden durch Extraktion mit Wasser vom Endprodukt abgetrennt. Dieser Vorgang wird mehrmals wiederholt, bis eine OH-Zahl des Endprodukts  $\leq 8$  erreicht ist. Der Rest Wasser wird durch Vakuumdestillation entfernt, Salzreste durch Filtration.

30

Es werden 17 Teile eines Endgruppen-verschlossenen Tensides erhalten, dessen OH-Zahl bei 7 liegt. Restwasser nach Karl Fischer liegt bei ca. 0,3 %. Der Trübungspunkt 2 % in 25 % Butylendiglykol liegt bei 68 bis 69°C.

35

Auf analoge Weise werden die folgenden erfindungsgemäß zu verwendenden Tenside der Tabelle 1 hergestellt, entsprechend der Bedeutung von Z wurde mit Dimethylsulfat, Diethylsulfat, Allylchlorid oder Benzylchlorid als Alkylierungsmittel umgesetzt. Die Endgruppenverschlüsse liegen bei einer Rest-OH-Zahl von  $< 15$ , bevorzugt  $\leq 8$ .

40

016045317

Tabelle 1

Bsp.	R	(X <sub>1</sub> ) <sub>n</sub>	(X <sub>2</sub> ) <sub>m</sub>	(X <sub>3</sub> ) <sub>p</sub>	Z	Rest OH-Zahl	Trübungspunkt °C (2 % in 25 % BDG)*
1	C <sub>13-15</sub> -Oxo-Alkyl	(C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> O) <sub>6</sub>	(C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> O) <sub>4</sub>	-	CH <sub>3</sub>	7	68-69
2	C <sub>13-15</sub> -Oxo-Alkyl	(C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> O) <sub>5</sub>	(C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> O) <sub>4</sub>	-	CH <sub>3</sub>	7	64
3	C <sub>13-15</sub> -Oxo-Alkyl	(C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> O) <sub>5</sub>	(C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> O) <sub>3</sub>	-	CH <sub>3</sub>	8,5	66
4	C <sub>13-15</sub> -Oxo-Alkyl	-	(C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> O) <sub>4</sub>	(C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> O) <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub>	10	70-71
5	C <sub>13-15</sub> -Oxo-Alkyl	(C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> O) <sub>6</sub>	(C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> O) <sub>4</sub>	-	Allyl	8	64-65
6	C <sub>16-18</sub> -Alkyl	(C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> O) <sub>8</sub>	(C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> O) <sub>4</sub>	-	CH <sub>3</sub>	1	64
7	C <sub>10-12</sub> -Ziegler-Alkyl	(C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> O) <sub>5</sub>	(C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> O) <sub>3</sub>	-	CH <sub>3</sub>	3,3	70-71
8	C <sub>10-12</sub> -Ziegler-Alkyl	(C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> O) <sub>5</sub>	(C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> O) <sub>3</sub>	-	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	5,3	68
9	C <sub>10-12</sub> -Ziegler-Alkyl	(C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> O) <sub>5</sub>	(C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> O) <sub>3</sub>	-	Allyl	4	69-70
10	C <sub>13-15</sub> -Oxo-Alkyl	(C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> O) <sub>9</sub>	(C <sub>4</sub> H <sub>8</sub> O) <sub>2</sub>	-	CH <sub>3</sub>	12	68
11	C <sub>13-15</sub> -Oxo-Alkyl	(C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> O) <sub>6</sub>	(C <sub>4</sub> H <sub>8</sub> O) <sub>2</sub>	-	CH <sub>3</sub>	7,6	61

\* Butylendiglykol

Mit den erfindungsgemäß zu verwendenden Tensiden erreicht man ein Optimum der Eigenschaften Schaumarmut, Schaumdämpfung und Alkalistabilität bei gleichzeitiger biologischer Abbaubarkeit von mindestens 80 % gemäß der oben genannten gesetzlichen Vorschrift.

05

Die erfindungsgemäß zu verwendenden Tenside werden bevorzugt beispielsweise in industriellen flüssigen und pulverförmigen Reinigerformulierungen für die Flaschenwäsche und die Metallreinigung, wie sie bei der Metallbearbeitung erforderlich ist, eingesetzt. Zum Gegenstand der Erfindung gehören daher auch Reinigungsformulierungen, die neben an sich üblichen Bestandteilen die erfindungsgemäßen Tenside enthalten.

10

Als Formulierungsbeispiel für die Flaschenwäsche dient folgende Rahmenformulierung für einen pulverförmigen Reiniger, wobei man wegen der guten Netz Wirkung mit relativ geringen Mengen erfindungsgemäß zu verwendenden Tensids auskommt:

15

10 bis 30 Gew.-% NaOH  
10 bis 40 Gew.-% Na-Metasilikat  
20 10 bis 40 Gew.-% Pentanatriumatriphosphat  
5 bis 20 Gew.-% Komplexbildner vom Typ Ethylendiamintetraessigsäure oder Nitrilotriessigsäure  
5 bis 10 Gew.-% eines erfindungsgemäßen Tensids.

25 Als allgemeine Vorschrift für einen flüssigen Reiniger kommt folgende Zusammensetzung in Betracht:

10 bis 30 Gew.-% erfindungsgemäßes Tensid  
5 bis 30 Gew.-% Phosphonsäure  
30 15 bis 30 Gew.-% Phosphorsäure  
0 bis 10 Gew.-% Isopropanol  
Rest zu 100 Gew.-% Wasser.

Diese Formulierung wird bei der Anwendung in ein Reinigungsbad, das 0,5 bis 3 Gew.-% Natriumhydroxid enthält, dosiert, zweckmäßig in einer Menge von 0,3 bis 1 kg/m<sup>3</sup>.

35

Als Test für die Alkalistabilität der erfindungsgemäß zu verwendenden Tenside in der oben angegebenen Formulierung und unter Reinigungsbedingungen werden 30 g Tensid über 3 g festem NaOH bei 50°C zwei Wochen gelagert.

40



Unter diesen verschärften Bedingungen darf sich die Tensidlösung nicht verfärben und die Schaumbildungs- und insbesondere die Schaumdämpfungseigenschaften sollen hierdurch nicht abgebaut werden.

- 05 Die Prüfung auf Schaumbildung erfolgt nach der Schlagmethode DIN 53 902, Blatt 1, jedoch insofern abgewandelt, indem mit einer Lochscheibe mit 22 Öffnungen einer Schlagzahl von 20 und mit einem Schlagzylinder 1500 ml Inhalt gearbeitet wird. Das Maß für das Schaumverhalten ist die Schaumhöhe nach 30 sec.
- 10 Mit  $V_2$  wird entsprechend dieser DIN-Methode das Schaumvolumen der Problelösung in ml angegeben. Mit  $V_g$  das Schaumvolumen in Prozent auf das Schaumvolumen der Vergleichslösung.
- 15 Zur weiteren Charakterisierung wird das Netzvermögen nach DIN 53 001 in destilliertem Wasser, enthaltend 2 g Soda/l bei 20°C geprüft. Das Netzvermögen gestattet eine Aussage über die anwendungstechnischen Eigenschaften in den oben genannten Anwendungen. Das Netzvermögen und die Schaumdämpfung gegenüber Fremdstoffen, aber auch das Eigenschaumvermögen laufen
- 20 häufig gegeneinander. Gute Schaumdämpfer sind üblicherweise schlechte Netzmittel und gute Netzmittel schäumen häufig sehr stark.

- Das Schaumdämpfungsverhalten wird der unterschiedlichen Anwendung entsprechend einmal in der Geschirrspülmaschine unter Eiweißbelastung geprüft ("Ei-Test"), zum anderen wird die schaumdämpfende Wirkung auf Alkylbenzolsulfonat in der dynamischen Schaumapparatur untersucht.

#### Ei-Test:

- Durch magnetische Induktionsmessung wurde in einem Geschirrspülautomaten
- 30 mit Hilfe eines Zählwerks die Zahl der Umdrehungen eines Spülarms bestimmt. Durch Schaumbildung, die besonders bei Anwesenheit von Proteinen (Eiweiß) auftritt, wird die Umdrehungszahl des Spülarms vermindert. Die Umdrehungszahl stellt somit wegen der verringerten Rückstoßkraft ein Maß für die Tauglichkeit von Tensiden in Reinigungsgeräten mit hoher Mechanik
- 35 dar.

- Die Testzeit beträgt 12 Minuten, wobei nach bestimmten Zeiten die Umdrehungszahlen pro Minute aus der Gesamtumdrehungszahl berechnet werden. Der Waschvorgang wird bei Raumtemperatur begonnen, nach etwa 10 Minuten
- 40 beträgt die Temperatur des Spülwassers 60°C.

Die Schaumdämpfung auf Alkylbenzolsulfonat in der dynamischen Schaumapparatur ist eine weitere Labormethode, um das Schaumdämpfungsverhalten auf

anionische Tenside zu untersuchen. Bei der Prüfapparatur handelt es sich um eine kontinuierlich arbeitende Umlaufapparatur. Hierbei wird der Schaumaufbau dadurch hervorgerufen, daß in einem kalibrierten Rohr von 6 cm Durchmesser ein Prüfstrahl kontinuierlich mit konstantem Druck in die Vorlagelösung strömt. Dabei baut sich eine produktspezifische Schaumhöhe, die in ml gemessen wird, auf. Wird dieser Prüflösung ein Schaumbooster, z.B. in Form von einem Alkylbenzolsulfonat, zugesetzt, so kann man das Schaumdämpfungsverhalten der erfindungsgemäßen schaumdämpfenden Tenside untersuchen.

10

In der Tabelle 2 wird bei dem Einsatz von 0,3 g/l Test-Tensid die Schaummenge für 6 ml, 12 ml und 18 ml 2,5 Ziger Alkylbenzolsulfonat-Lösung angegeben, d.h. je kleiner die Schaummenge, umso größer ist das Dämpfungspotential des Tensids.

15

Tabelle II

Anwen- dungs- bsp.	Produkt Bsp. Tab. I	Schaumtest DIN 53902		Eitest (U/min) G 7735	Netzvermögen (s) 20°			Schaum/ml in dynamischer Schaumapparatur		
		V <sub>2</sub>	V <sub>8</sub>		0,5 g/l	1 g/l	2 g/l	6 ml*	12 ml*	18 ml*
12	1	20	4	82	100	30	12	10	100	320
13	5	10	2	94	154	67	23	10	90	230
14	2	20	4	82	218	110	45	30	90	250
15	3	30	6	76	112	50	16	20	80	240
16	4	10	2	89	>300	226	130	70	150	290
17	6	10	2	84	265	139	58	20	270	350
18	7	10	2	54	88	37	13	30	180	350
19	8	10	2	61	105	87	30	20	100	230
20	9	0	0	65	136	82	44	40	130	320
21	10	10	2	102	86	29	11	10	40	300
22	11	10	2	82	162	67	27	0	30	170

\* Nach Zugabe von 6 ml, 12 ml, 18 ml 2,5 %ige Alkylbenzolsulfonat-Lösung

Aus den Ergebnissen der Tabelle 2 geht hervor, daß nach dem DIN 53902-Schaumtest alle untersuchten Produkte praktisch keinen Schaum bilden. Der praxisnähere Ritest in einer Miele-Geschirrspülmaschine (Typ G 7735) zeigt eine Differenzierung der schaumdämpfenden Eigenschaften auf Eiweiß-  
05 schaum und Werte über 80 bedeuten eine ausgezeichnete Schaumdämpfung.

Die Werte für das Netzvermögen mit weniger 265 für die überwiegende Zahl der untersuchten Tenside zeigen, daß auch Produkte mit hoher Schaumdämpfung ausgezeichnete Benetzungseffekte aufweisen können.

10

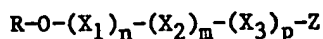
Die Schaumdämpfungswerte, gemessen in der dynamischen Schaumapparatur, weisen auf eine sehr hohe Schaumdämpfungskapazität der untersuchten Tenside hin. Diese Ergebnisse sind für die praktische Anwendung besonders wichtig. Derartig günstige Werte wurden bisher nur durch biologisch nicht  
15 abbaubare Tenside erreicht.

Ganz besonders hervorzuheben ist die Lagerstabilität der erfindungsgemäßen Tenside gemäß dem o.a. Test auf Alkalistabilität (30 g Tensid, 3 g festes NaOH, zwei Wochen, 50°C). Nach zweiwöchiger Lagerung über festem  
20 Natriumhydroxid werden die gemäß Tabelle 2 aufgezeigten Werte bzw. Tensideigenschaften praktisch nicht verändert.

Patentansprüche

1. Verwendung von nichtionischen Tensiden der Formel I

05



10

in der R einen Alkylrest mit 8 bis 22 C-Atomen,  $X_1$  und  $X_3$  Ethylenoxid-einheiten, wobei n und p für eine Zahl von 0 bis 10 stehen und die Summe von n + p wenigstens 2 ist,  $X_2$  Propylenoxid- oder Butylenoxid-einheiten, wobei m für eine Zahl von 1 bis 5 steht, und Z Methyl, Ethyl oder Allyl bedeuten, als schaumarme, schaumdämpfende und biologisch abbaubare Tenside in industriellen Reinigungsprozessen.

15

2. Verwendung von Tensiden der Formel I nach Anspruch 1, in denen R einen Alkylrest mit 10 bis 18 C-Atomen, p 0, n 5 bis 7 und m 2 bis 4 bedeuten.

20

3. Verwendung von Tensiden der Formel I nach Anspruch 1 oder 2, in denen R den Rest eines  $C_{13}/C_{15}$ -Oxoalkohol oder  $C_{10}/C_{14}$ -Ziegleralkohol bedeutet.

25

4. Verwendung von Tensiden der Formel I nach den Ansprüchen 1 bis 3 in pulverförmigen Reinigungsformulierungen in einer Menge, bezogen auf das Gesamtgewicht, von 5 bis 10 Gew.% oder in flüssigen Reinigungsformulierungen in einer Menge von 10 bis 30 Gew.%.

30

5. Pulverförmige Reinigungsformulierungen, die Tenside der Formel I nach Ansprüchen 1 bis 3 in einer Menge von 5 bis 10 Gew.% neben an sich üblichen Bestandteilen enthalten.

6. Flüssige Reinigungsformulierungen, die Tenside der Formel I nach den Ansprüchen 1 bis 3 in einer Menge von 10 bis 30 Gew.% neben an sich üblichen Bestandteilen enthalten.

35

40



Europäisches Patentamt  
European Patent Office  
Office européen des brevets

Veröffentlichungsnummer:

**0 161 537**  
**A3**

12

## EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

21 Anmeldenummer: 85104798.5

51 Int. Cl.: C 11 D 1/68

22 Anmeldetag: 20.04.85

30 Priorität: 18.05.84 DE 3418523

43 Veröffentlichungstag der Anmeldung: 21.11.85  
Patentblatt 85/47

64 Benannte Vertragsstaaten: AT BE CH DE FR GB IT LI NL  
SE

86 Veröffentlichungstag des später veröffentlichten  
Recherchenberichts: 23.11.89 Patentblatt 89/47

71 Anmelder: BASF Aktiengesellschaft,  
Carl-Bosch-Strasse 38, D-6700 Ludwigshafen (DE)

72 Erfinder: Balzer, Wolf-Dieter, Dr., Bruesseleer Ring 34,  
D-6700 Ludwigshafen (DE)  
Erfinder: Lorenz, Klaus, Dr., Ludwig-Uhland-Strasse 16,  
D-6520 Worms 1 (DE)  
Erfinder: Wolf, Helmut, Im Zollstock 6, D-6733 Hessloch  
(DE)  
Erfinder: Trieselt, Wolfgang, Dr., Alwin-Mittasch-Platz 1,  
D-6700 Ludwigshafen (DE)  
Erfinder: Stoeckigt, Dieter, Koenigstrasse 4,  
D-6700 Ludwigshafen (DE)  
Erfinder: Hettche, Albert, Dr., Kleiststrasse 12,  
D-6717 Hessheim (DE)

84 Endgruppenverschlossene Fettaikoholalkoxylate für industrielle Reinigungsprozesse, insbesondere für die  
Flaschenwäsche und für die Metallreinigung.

87 Die Erfindung betrifft die Verwendung endgruppenver-  
schlossener Fettaikoholalkoxylate als schaumarme,  
schaumdämpfende und biologisch abbaubare Tenside für  
industrielle Reinigungsprozesse, insbesondere für die Fla-  
schenwäsche und Metallreinigung.

**EP 0 161 537 A3**



Europäisches  
Patentamt

# EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

0161537  
Nummer der Anmeldung

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			EP 85104798.5
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl. 4)
X	<u>DE - A1 - 3 048 642</u> (HOECHST AG) * Anspruch 1, Formel A3; Anspruch 3 * --	1,2	C 11 D 1/722 C 11 D 1/68
D,Y	<u>EP - A1 - 0 019 173</u> (BASF AG) * Ansprüche 1,3; Seite 12, Zeilen 7-11 * --	1-3	
Y	<u>US - A - 2 841 621</u> (G.C. RILEY) * Spalte 1, Zeilen 17-24, Zeile 32; Spalte 2, Zeilen 7-10 * --	1-3	
D,A	<u>EP - A1 - 0 034 275</u> (BASF AG) * Anspruch; Tabelle Seite 6; Seite 3, Zeilen 22-31 * ----	1-3	
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt.			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl. 4)
			C 11 D C 08 G 65/00
Recherchenort WIEN		Abschlußdatum der Recherche 14-09-1989	Prüfer REISER
<p>EPA Form 1503 03.82</p> <p>KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTEN</p> <p>X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : mündliche Offenbarung P : Zwischenliteratur T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze</p> <p>E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus andern Gründen angeführtes Dokument &amp; : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument</p>			